





Method for obtaining aromatics and dyestuffs from bell peppers

Patent number: DE3114593
Publication date: 1982-12-09
Inventor:
Applicant:
Classification:
- **international:** A23L1/221; A23L1/27; A23L1/275
- **european:** A23L1/221E; A23L1/275B; B01D11/02B
Application number: DE19813114593 19810410
Priority number(s): DE19813114593 19810410

Also published as:

 US4400398 (A1)
 ES8303049 (A)
 IT1150772 (B)
 HU185706 (B)

[Report a data error here](#)

Abstract not available for DE3114593
Abstract of corresponding document: **US4400398**

Method for obtaining aromatics and/or dyestuffs from bell peppers wherein red pepper is extracted with a solvent which is in a supercritical state and is gaseous under normal conditions. The extraction takes place at a pressure of >P_k to 350 bar and a temperature of >T_k to 70 DEG C. The extracted aromatics and/or dyestuffs are separated from the separated supercritical gas phase by lowering the density of the gas phase.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Best Available Copy

⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Patentschrift
⑪ DE 31 14593 C1

⑲ Aktenzeichen:
⑳ Anmeldetag:
㉑ Offenlegungstag:
㉒ Veröffentlichungstag:

P 31 14 593.0-42
10. 4. 81
—
9. 12. 82

⑮ Int. Cl. 3:
A23 L 1/221
A 23 L 1/27
A 23 L 1/275

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

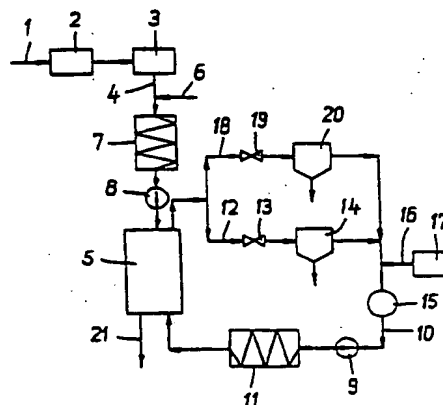
⑰ Patentinhaber:
Fried. Krupp GmbH, 4300 Essen, DE

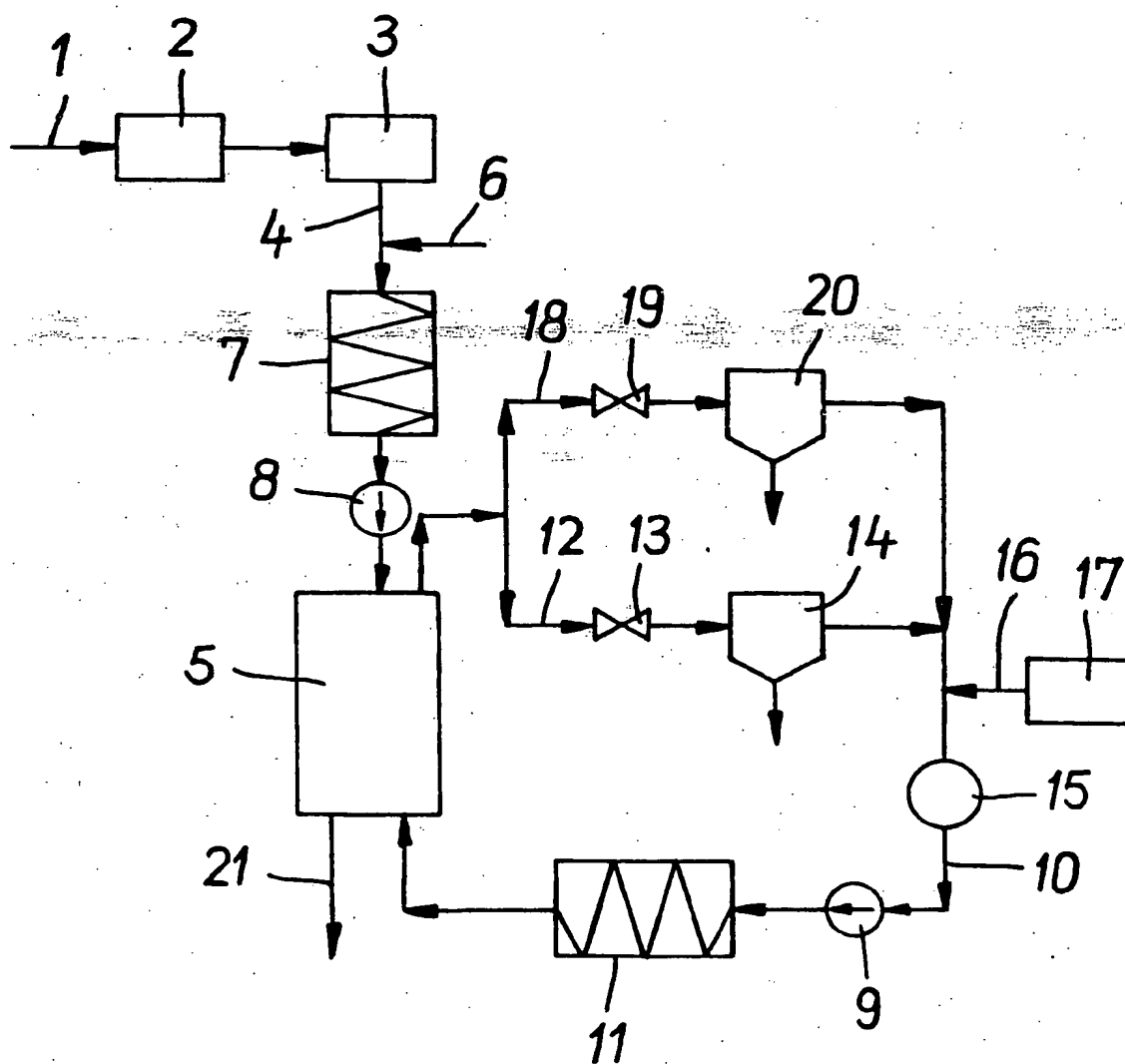
⑱ Erfinder:
Coenen, Hubert, Dr.-Ing.; Hagen, Rainer, Dipl.-Ing., 4300
Essen, DE; Knuth, Manfred, Dr.-Ing., 2100 Hamburg, DE

⑳ Entgegenhaltungen:
NICHTS-ERMITTELT

⑮ Verfahren zur Gewinnung von Aroma- und Farbstoffen aus Paprika

Verfahren zur Gewinnung von Aroma- und Farbstoffen aus Paprika, bei dem der rote Paprika (1) mit einem im überkritischen Zustand befindlichen und unter Normalbedingungen gasförmigen Lösungsmittel (10) bei einem Druck von $> p_k$ bis 350 bar sowie einer Temperatur von $> T_k$ bis 70° C extrahiert wird und bei dem die extrahierten Aroma- und Farbstoffe aus der abgetrennten überkritischen Gasphase durch Senkung der Gasphasendichte abgeschieden werden. (31 14 593)





Patentsprüche:

1. Verfahren zur Gewinnung von Aroma- und Farbstoffen aus Paprika durch Extraktion des Paprikas mit einem Lösungsmittel, dadurch gekennzeichnet, daß man

- a) getrockneten, zerkleinerten, roten Paprika mit einem im überkritischen Zustand des Drucks und der Temperatur befindlichen und unter Normalbedingungen (0°C, 1 bar) gasförmigen Lösungsmittel bei einem Druck von $> p_k$ (p_k = kritischer Druck des gasförmigen Lösungsmittels) bis 350 bar sowie einer Temperatur von $> T_k$ (T_k = kritische Temperatur des gasförmigen Lösungsmittels) bis 70°C extrahiert und
- b) aus der abgetrennten, beladenen, überkritischen Gasphase durch Senkung der Dichte der Gasphase die extrahierten Aroma- und Farbstoffe abscheidet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als gasförmiges Lösungsmittel Kohlendioxid, Äthan, Äthen oder eine Mischung aus Äthan und Äthen einsetzt.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß man ein gasförmiges Lösungsmittel einsetzt, das ein Schleppmittel, vorzugsweise Äthanol, enthält.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die Dichte der beladenen überkritischen Gasphase durch Druckerniedrigung oder durch Druckerniedrigung und Temperaturänderung senkt.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man

- a1) den Paprika in einer ersten Stufe bei einem Druck von $> p_k$ bis 150 bar extrahiert,
- b1) aus der abgetrennten beladenen überkritischen Gasphase der ersten Extraktionsstufe die extrahierten Aromastoffe abscheidet,
- a2) den von den Aromastoffen befreiten Paprika in einer zweiten Stufe bei einem Druck von 150 bis 350 bar extrahiert und
- b2) aus der abgetrennten beladenen überkritischen Gasphase der zweiten Extraktionsstufe die extrahierten Farbstoffe abscheidet.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß man in beiden Extraktionsstufen das gleiche gasförmige Lösungsmittel einsetzt.

7. Abänderung des Verfahrens nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß man als Ausgangsmaterial Paprikaoleoresin einsetzt und zur Extraktion der Aromastoffe nur die erste Extraktionsstufe ausführt.

8. Abänderung des Verfahrens nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß man als Ausgangsmaterial Paprika einsetzt, der weitgehend frei von Capsaicin ist (sogenannter edelsüßer Paprika) und zur Extraktion der Farbstoffe nur die zweite Extraktionsstufe ausführt.

9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man

- a) den Paprika bei 150 bis 350 bar extrahiert und

- b) aus der abgetrennten beladenen überkritischen Gasphase durch stufenweise Senkung der Dichte der Gasphase zuerst die Farbstoffe und dann die Aromastoffe jeweils in wenigstens einer Fraktion abscheidet.

10. Abänderung des Verfahrens nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß man als Ausgangsmaterial Paprikaoleoresin einsetzt.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von Aroma- und Farbstoffen aus Paprika durch Extraktion des Paprikas mit einem Lösungsmittel.

Viele der ca. 50 Kulturformen des Paprikas (*capsicum annuum* bzw. *capsicum longum*) enthalten in ihren Früchten Aromastoffe und rote Farbstoffe. Die Aromastoffe bestehen aus Geruchs- und Geschmacksstoffen und enthalten das noch in großer Verdünnung brennend scharf schmeckende Alkaloid Capsaicin. Es sind auch Paprikaarten gezüchtet worden, die weitgehend frei von Capsaicin sind und als edelsüß bezeichnet werden. Die Aromastoffe des Paprikas können zur Herstellung von Würzmischungen verwendet werden. Die roten Farbstoffe des Paprikas bestehen aus Carotinoiden und enthalten als Hauptbestandteil (bis zu 35%) das Carotinoid Capsanthin. Die roten Farbstoffe eignen sich zum Anfärben von Lebensmitteln und Kosmetika und sind wegen ihrer physiologischen Unbedenklichkeit auch als Lebensmittelfarbstoff zugelassen. In der Nahrungsmittel- und Kosmetikindustrie werden die Farbstoffe des Paprikas in Form eines flüssigen Konzentrats verwendet, das weitgehend frei von Fremdstoffen ist. Das Farbstoffkonzentrat darf für viele Anwendungsfälle die Aromastoffe des Paprikas, insbesondere Capsaicin, nicht enthalten.

Nach einem bekannten Verfahren (siehe K. Weber, Ernährungswirtschaft/Lebensmitteltechnik 9, 1971, Seiten 610 bis 616) werden die Aroma- und Farbstoffe des Paprikas durch Extraktion mit einem niedrig siedenden Lösungsmittel, wie z. B. Dichlormethan, Dichloräthan oder Hexan, gewonnen. Aus dem bei der Extraktion anfallenden Extrakt müssen die Aromastoffe und die Farbstoffe durch eine aufwendige Molekulardestillation isoliert werden, da sich nur die von den Aromastoffen befreiten roten Farbstoffe zum Anfärben vieler Lebensmittel und Kosmetika eignen. Da der Gehalt des Paprikas an Aroma- und Farbstoffen gering ist (der Farbstoffgehalt des getrockneten Paprikas beträgt 1,4 bis 5 Gew.-%), werden zur Paprikaextraktion große Lösungsmittelmengen benötigt, die aus dem Extrakt und dem Extraktionsrückstand durch Destillation bzw. Wasserdampfdestillation im Vakuum zurückgewonnen werden müssen. Dabei kann das organische Lösungsmittel vor allem aus dem porösen Extraktionsrückstand nicht vollständig entfernt werden, so daß erhebliche Lösungsmittelverluste entstehen und die Verwendung des Extraktionsrückstands als Viehfutter stark eingeschränkt ist. Außerdem kann bei der destillativen Entfernung der Lösungsmittelreste aus dem Extrakt durch die erforderlichen erhöhten Temperaturen und/oder die Anwesenheit von Sauerstoff eine teilweise Denaturierung der Aroma- und Farbstoffe eintreten.

Aus der DE-AS 14 93 190 ist ein Verfahren zur Trennung von flüssigen und/oder festen organischen Stoffgemischen bekannt, bei dem das Stoffgemisch mit

einem unter überkritischen Bedingungen der Temperatur und des Drucks stehenden Gas im Temperaturbereich bis 100°C über seiner kritischen Temperatur behandelt und nach Abtrennung der beladenen überkritischen Bedingungen der Temperatur und des Drucks stehenden Gas im Temperaturbereich bis 100°C über seiner kritischen Temperatur behandelt und nach Abtrennung der beladenen überkritischen Gasphase in ihr enthaltenen Verbindungen durch Entspannung und/oder Temperaturerhöhung zurückgewonnen werden. Bei diesem bekannten Verfahren können gesättigte oder ungesättigte niedere Kohlenwasserstoffe, chlorierte oder fluoridierte Kohlenwasserstoffe, Kohlendioxid, Ammoniak oder Distickstoffdioxid als gasförmige Lösungsmittel verwendet werden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Gewinnung von Aroma- und Farbstoffen aus Paprika zu schaffen, das die Nachteile des bekannten Flüssigextraktionsverfahrens vermeidet und das qualitativ hochwertige, physiologisch unbedenkliche Aromastoffe und Farbstoffe liefert. Insbesondere soll mit der Erfindung ein Verfahren zur Verfügung gestellt werden, daß die kostengünstige Farbstoffgewinnung aus Paprika bei niedrigen Temperaturen ermöglicht, da für qualitativ hochwertige rote Farbstoffe des Paprikas breite Verwendungsmöglichkeiten bestehen. Außerdem soll mit der Erfindung erreicht werden, daß die bei der Aroma- und Farbstoffgewinnung anfallenden Fruchtfleisch-Rückstände als Viehfutter verwendet werden können.

Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe wird dadurch gelöst, daß man

- a) getrockneten, zerkleinerten, roten Paprika mit einem im überkritischen Zustand des Drucks und der Temperatur befindlichen und unter Normalbedingungen (0°C, 1 bar) gasförmigen Lösungsmittel bei einem Druck von $> p_k$ (p_k = kritischer Druck des gasförmigen Lösungsmittels) bis 350 bar sowie einer Temperatur von $> T_k$ (T_k = kritische Temperatur des gasförmigen Lösungsmittels) bis 70°C extrahiert und
- b) aus der abgetrennten, beladenen, überkritischen Gasphase durch Senkung der Dichte der Gasphase die extrahierten Aroma- und Farbstoffe abscheidet.

Der aus Aroma- und Farbstoffen bestehende Extrakt kann dort verwendet werden, wo es gleichermaßen auf das Würzen und Anfärben von Lebensmitteln (z. B. Wurstwaren) ankommt. Die Vorschrift, bei einem unteren Druck- und Temperaturgrenzwert von $> p_k$ bzw. $> T_k$ zu arbeiten, besagt, daß nahe oberhalb des kritischen Drucks bzw. der kritischen Temperatur extrahiert werden soll (z. B. $p_k + 1$ bar; $T_k + 2^\circ\text{C}$).

Durch das erfindungsgemäße Verfahren wird die Verwendung von physiologisch bedenklichen, flüssigen, organischen Lösungsmitteln, insbesondere von halogenierten Kohlenwasserstoffen, vermieden. Die nach der Erfindung verwendeten gasförmigen Lösungsmittel können sowohl aus dem Extrakt als auch aus den Extraktionsrückständen ohne Schwierigkeiten bei Raumtemperatur quantitativ abgetrennt werden, und es ist ferner möglich, die gasförmigen Lösungsmittel weitgehend verlustfrei zurückzugewinnen. Der Extraktionsrückstand kann unbedenklich zu Futtermitteln verarbeitet werden, da er weder Lösungsmittelreste enthält noch durch hohe Temperaturen denaturiert ist. Auch der Extrakt muß nicht bei erhöhter Temperatur

durch eine Destillation von Lösungsmittelresten befreit werden, und daher haben die gewonnenen Aroma- und Farbstoffe eine sehr gute Qualität.

Das Verfahren nach der Erfindung kann besonders vorteilhaft durchgeführt werden, wenn man als gasförmiges Lösungsmittel Kohlendioxid, Äthan, Äthen oder eine Mischung aus Äthan und Äthen einsetzt, da sich diese Lösungsmittel gegenüber dem Paprika chemisch inert verhalten und in den Verfahrensprodukten keine physiologisch bedenklichen Rückstände hinterlassen.

Nach der Erfindung kann die Extraktionsleistung dadurch erhöht werden, daß man ein gasförmiges Lösungsmittel einsetzt, das ein Schleppmittel, vorzugsweise Äthanol, enthält. Als Schleppmittel können auch Aceton oder Wasser oder Mischungen aus Wasser und Äthanol oder Mischungen aus Wasser und Aceton verwendet werden.

Nach der Erfindung ist ferner bevorzugt vorgesehen, daß man die Dichte der beladenen überkritischen Gasphase durch Druckerniedrigung oder durch Druckerniedrigung und Temperaturänderung senkt. Bei der Druckerniedrigung wird so gearbeitet, daß zwischen dem Extraktionsdruck und dem Abscheidungsdruck eine möglichst geringe Druckdifferenz liegt, wodurch in vorteilhafter Weise Rekompansionsenergie eingespart werden kann. Die Temperaturänderung kann sowohl durch Temperaturerniedrigung als auch durch Temperaturerhöhung erfolgen, wobei allerdings darauf zu achten ist, daß Abscheidungstemperaturen über 70°C vermieden werden. Wird beispielsweise Äthen als Extraktionsmittel verwendet, dessen kritische Temperatur 9,5°C beträgt, kann die Extraktionstemperatur bei 25°C und die Abscheidungstemperatur bei 50°C liegen. Durch die nach der Erfindung vorgesehene Senkung der Dichte der überkritischen Gasphase wird sichergestellt, daß die Aroma- und Farbstoffe durch eine thermisch schonende Behandlung gewonnen werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann mit besonders großem Erfolg durchgeführt werden, wenn man den Paprika in einer ersten Stufe bei einem Druck von $> p_k$ bis 150 bar extrahiert, aus der abgetrennten beladenen überkritischen Gasphase der ersten Extraktionsstufe die extrahierten Aromastoffe abscheidet, den von den Aromastoffen befreiten Paprika in einer zweiten Stufe bei einem Druck von 150 bis 350 bar extrahiert und aus der abgetrennten beladenen überkritischen Gasphase der zweiten Extraktionsstufe die extrahierten Farbstoffe abscheidet. Durch die zweistufige Extraktion wird eine optimale Trennung der Aromastoffe und der Farbstoffe erreicht, was sich insbesondere günstig auf die Weiterverwendbarkeit der Farbstoffe auswirkt.

Die zweistufige Extraktion ist technisch besonders einfach durchführbar, wenn man in beiden Extraktionsstufen das gleiche gasförmige Lösungsmittel einsetzt.

In weiterer Ausbildung der Erfindung kann auch das Paprikaoleoresin, welches durch Extraktion von Paprika mit flüssigen Lösungsmitteln, wie z. B. Dichlormethan, Dichloräthan oder Hexan, gewonnen wird und neben Lösungsmittelresten die Aromastoffe sowie die roten Farbstoffe des Paprikas enthält, in der Weise gereinigt werden, daß man als Ausgangsmaterial Paprikaoleoresin einsetzt und zur Extraktion der Aromastoffe nur die erste Extraktionsstufe ausführt. Durch diese Verfahrensvariante lassen sich die Aromastoffe und die unerwünschten Lösungsmittelrückstände quantitativ sowie wirtschaftlicher als mit der bekannten Molekulardestillation von den Farbstoffen abtrennen.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann in vorteilhafter Weise auch so durchgeführt werden, daß man als Ausgangsmaterial Paprika einsetzt, der weitgehend frei von Capsaicin ist (sogenannter edelsüßer Paprika) und zur Extraktion der Farbstoffe nur die zweite Extraktionsstufe ausführt. Mit dieser weiteren Ausbildung des erfindungsgemäßen Verfahrens kann ein für viele Zwecke gut geeignetes Farbstoffkonzentrat erzeugt werden.

Eine weitere vorteilhafte Möglichkeit zur Gewinnung von Aroma- und Farbstoffen aus Paprika besteht nach der Erfindung darin, daß man den Paprika bei 150 bis 350 bar extrahiert und aus der abgetrennten beladenen überkritischen Gasphase durch stufenweise Senkung der Dichte der Gasphase zuerst die Farbstoffe und dann die Aromastoffe jeweils in wenigstens einer Fraktion abscheidet. Durch diese Verfahrensführung werden zunächst alle extrahierten Stoffe in die überkritische Gasphase überführt und dann in wenigstens zwei Fraktionen abgeschieden, wobei in der ersten Fraktion die Farbstoffe und in der zweiten Fraktion die Aromastoffe anfallen. Die Reinheit der Aroma- und Farbstoffe kann dadurch erhöht werden, daß sie jeweils in mehreren Fraktionen abgeschieden werden und daß Fraktionen, die den qualitativen Anforderungen nicht genügen, in die Extraktion zurückgeführt werden. Die Anwendungsbreite dieser Verfahrensvariante kann nach der Erfindung noch dadurch erhöht werden, daß anstelle von Paprika als Ausgangsmaterial Paprikaoleoresin verwendet wird.

Die nach der Erfindung vorgesehenen Varianten bzw. weiteren Ausbildungen ermöglichen in vorteilhafter Weise entweder eine kontinuierliche oder eine halbkontinuierliche Verfahrensführung.

Der Gegenstand der Erfindung wird nachfolgend anhand der Zeichnung und einiger Ausführungsbeispiele näher erläutert. In der Zeichnung ist eine besonders vorteilhafte Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens — nämlich diejenige gemäß Anspruch 5 — schematisch dargestellt.

Erläuterung der Zeichnung

Die getrockneten Paprikafrüchte 1 werden im Mahlwerk 2 zerkleinert und im Vorratsbehälter 3 gesammelt. Aus dem Vorratsbehälter 3 wird der zerkleinerte Paprika 4 in den Druckbehälter 5 gefördert. Dies geschieht entweder diskontinuierlich, wobei der zerkleinerte Paprika 4 chargenweise in den Druckbehälter 5 eingebracht wird, oder kontinuierlich, wobei der zerkleinerte Paprika 4 mit Wasser 6 zu einem pumpfähigen Schlamm verarbeitet wird, der nach seiner Aufheizung im Wärmetauscher 7 über die Pumpe 8 in den Druckbehälter 5 gelangt.

Von der Pumpe 9 wird das verflüssigte Lösungsmittel 10 auf den Extraktionsdruck gebracht und in den Wärmetauscher 11 gefördert, wo es auf die Extraktionstemperatur aufgeheizt wird. Anschließend gelangt das nunmehr überkritische Lösungsmittel in den Druckbehälter 5, in dem die Extraktionstemperatur durch eine Mantelheizung aufrechterhalten wird. Das überkritische Lösungsmittel durchströmt die Schüttung aus zerkleinertem Paprika bzw. den Paprikaschlamm und belädt sich dabei mit den Aromastoffen. Die Überkritische beladene Gasphase verläßt den Druckbehälter 5 über die Leitung 12 und wird durch das Ventil 13 in den Behälter 14 entspannt, wo sich die Aromastoffe abscheiden, die am Boden des Behälters 14 entnommen werden können. Aus dem Behälter 14 gelangt das

gasförmige Lösungsmittel in den Kondensator 15, wo es verflüssigt wird. Das verflüssigte Lösungsmittel 10 wird dann durch die Pumpe 9 in den Extraktionskreislauf zurückgeführt. Über die Leitung 16 werden Lösungsmittelverluste durch die Zufuhr von frischem gasförmigem Lösungsmittel aus dem Vorratsbehälter 17 ersetzt.

Nach der Extraktion der Aromastoffe wird das Ventil 13 geschlossen, und der Extraktionsdruck wird erhöht. Die überkritische Gasphase nimmt nun im Druckbehälter 5 die roten Farbstoffe des Paprikas auf und gelangt über die Leitung 18 in das Ventil 19, von dem sie den Behälter 20 entspannt wird. Die Farbstoffe sammeln sich als wasserhaltiges Konzentrat am Boden des Behälters 20, während das gasförmige Lösungsmittel in den Kondensator 15 gelangt. Wird Kohlendioxid als gasförmiges Lösungsmittel verwendet, herrscht in der ersten Extraktionsstufe ein Druck von 120 bar und eine Temperatur von 40°C, während in der zweiten Extraktionsstufe ein Druck von 320 bar und eine Temperatur von 40°C zur Anwendung kommt. Das gewonnene Farbstoffkonzentrat ist praktisch frei von Aromastoffen. Während des Herstellungsverfahrens werden die Aroma- und Farbstoffe weder durch Oxidation mit Luftsauerstoff noch durch Wärme geschädigt, da Luftsauerstoff während der einzelnen Verfahrensschritte wegen des herrschenden Überdrucks nicht zugegen ist und die höchste Temperatur meistens in den Extraktionsstufen auftritt.

Nach der zweistufigen Extraktion wird der Extraktionsrückstand 21 aus dem Druckbehälter 5 entnommen. Da der Extraktionsrückstand 21 keine Lösungsmittelreste enthält, kann er zu Futtermitteln verarbeitet werden. Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendeten Lösungsmittel sind unter Normalbedingungen, also bei 0°C und 1 bar, gasförmig. Als Lösungsmittel haben sich besonders Kohlendioxid, Äthan und Äthen bewährt, da diese Gase mit wirtschaftlich vertretbarem Aufwand soweit gereinigt werden können, daß sie keine physiologisch bedenklichen Verunreinigungen enthalten. Außerdem verhalten sich diese Gase gegenüber den Inhaltsstoffen des Paprikas chemisch inert.

Beispiel 1 (Methode gemäß Anspruch 5)

930 g eines getrockneten, gemahlenden, sehr scharfen, roten Paprikas wurden mit 19,7 kg/h Kohlendioxid während 6 Stunden bei 120 bar und 40°C in einer ersten Stufe extrahiert. Aus der überkritischen Gasphase der ersten Extraktionsstufe wurde durch Druckerniedrigung auf 56 bar ein Extrakt abgeschieden. Dieser Extrakt hatte ein Gewicht von 140 g, war orange-gelb gefärbt und wasserhaltig und hatte eine pastöse Konsistenz sowie einen außerordentlich scharfen Geschmack. Dieser Extrakt enthielt die Geruchs- und Geschmacksstoffe des Paprikas. Nach der ersten Extraktionsstufe wurde der Extraktionsdruck auf 320 bar erhöht und der im Druckbehälter 5 befindliche Paprika wurde bei 40°C während 4 Stunden mit 12,3 kg/h Kohlendioxid extrahiert. Aus der überkritischen Gasphase wurden 22,7 g eines dunkelroten, flüssigen Farbstoffkonzentrats abgeschieden. Die Abscheidung des Farbstoffkonzentrats erfolgte bei einem Druck von 50 bar und einer Temperatur von 40°C. Das Farbstoffkonzentrat war frei von Geruchs- und Geschmacksstoffen und konnte als Lebensmittelfarbstoff verwendet werden.

Beispiel 2 (Methode gemäß Anspruch 8)

300 g getrockneter, grob zerkleinerter, edelsüßer,

roter Paprika, der einen Wassergehalt von 14 Gew.-% hatte und kein Capsaicin enthielt, wurden bei 300 bar und 40°C während 6 Stunden mit 9,6 kg/h Kohlendioxid extrahiert. Aus der überkritischen Gasphase wurden bei 40 bar und 40°C 24,6 g eines wasserhaltigen Farbstoffkonzentrats abgeschieden, das dunkelrot gefärbt war und eine dickflüssige, öltartige Beschaffenheit hatte. Der Extraktionsrückstand hatte eine blasse, orange-gelbe Farbe und war in seiner Struktur durch die Extraktion nicht verändert worden. Das Farbstoffkonzentrat hatte keinen unangenehmen scharfen Geschmack, enthielt aber einige Paprika-Aromastoffe. Das Farbstoffkonzentrat war zum Anfärben bestimmter Lebensmittel (Fleischwaren) geeignet.

Beispiel 3 (Methode gemäß Anspruch 8)

800 g eines getrockneten, fein gemahlenen, roten, edelsüßen Paprikas, der einen Wassergehalt von ca 14 Gew.-% hatte, wurden mit 9,3 kg/h Äthan bei 250 bar und 45°C während 4 Stunden extrahiert. Aus der

überkritischen Gasphase wurden bei 46 bar und 45°C 22,6 g eines weitgehend wasserfreien Farbstoffkonzentrats abgeschieden, das dunkelrot gefärbt war, und eine dickflüssige, öltartige Beschaffenheit aufwies. Der Extraktionsrückstand hatte eine blasse, orange-gelbe Farbe angenommen, und das Farbstoffkonzentrat war frei von Lösungsmittelresten und hatte keinen scharfen Geschmack.

Die zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens verwendeten gasförmigen Lösungsmittel haben folgende kritische Daten:

Lösungsmittel	T_k	P_k
CO ₂	31,1°C	73,9 bar
C ₂ H ₆	32,2°C	49,1 bar
C ₂ H ₄	9,5°C	50,7 bar

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.